

## 비증발형 게터소자 배기특성 평가시험

인상렬 · 박미영\* · 정기석

한국원자력연구소 핵융합연구팀, 양성자가속기사업단\*  
(2003년 9월 2일 접수)

### Pumping Performance Test of the NEG Elements

S. R. In, M. Y. Park, and K. S. Jung

*Korea Atomic Energy Research Institute*  
(Received September 2, 2003)

#### 요 약

국내 진공기술 기반을 구축하는 국가사업의 일환으로 게터펌프 성능평가장치를 개발하고 있다. 본격적으로 장치를 구성하기 전에 평가절차의 개발, 장치 설계요건 및 사양을 확정하기 위해 예비실험장치를 만들었다. 이 장치를 이용하여 밀봉형 기기에 들어가는 비교적 활성화 온도가 낮은 게터 소자들의 특성평가 절차를 만들고 이를 적용하여 수소, 일산화탄소, 질소 등에 대해 배기속도와 배기용량을 측정해 보았다. 주로 고순도 기체 공급장치용으로 국내에서 개발된 게터 소자와 램프용으로 널리 쓰이는 외국제품의 배기성능을 비교해 보았다.

주제어 : 게터, 성능평가, 배기속도, 배기용량

#### Abstract

A getter pump test system is being developed as a core item of the national project for establishing the foundation of the vacuum technology in our country. A preliminary test system was prepared for developing the getter test procedure, and providing design requirements and system specifications before setting up the getter pump test system. The pumping speed and the pumping capacity of getter elements of low activation temperature used in the seal-off vacuum devices, for the hydrogen, carbon monoxide and nitrogen gases, were measured using the preliminary test system. The pumping characteristics of a domestic getter, developed mainly for the gas purifier, were compared with those of a foreign getter used widely in the lamp factories.

Key Words : getter, performance test, pumping speed, pumping capacity

#### 1. 서 론

국가사업으로 한국표준과학연구원에서 추진중인 진공기술기반구축 사업은 국내 진공기술의 산업적 토대와 연구 기반을 마련하기 위해 각종 진공 펌프,

진공 측정기기, 진공 부품 및 진공 재료 등의 성능평가 장치를 개발해 왔다. 이 사업 수행의 일환으로 게터펌프 성능평가장치 개발도 진행되어 마무리 단계에 와 있다. 게터펌프에는 구체적으로 티타늄 증발펌프, 비증발형 게터 펌프 및 소자, 바륨 소자 등

이 포함되어 있고 실제로 평가장치는 게터 펌프용 장치와 게터 소자용 장치로 나누어서 만들어지는 것이 합리적이다. 게터 펌프용 장치는 기존의 고진공 펌프 시험장치를 이용할 수 있지만 게터 소자 평가장치는 제작이 불가피하다.

평가장치 구성이 평가절차와 밀접한 관련이 있는 만큼 게터 소자 성능평가장치를 만들기 전에 평가절차와 장치 구성의 타당성을 먼저 검토해 보기 위해 예비시험장치를 제작하고 바륨 게터와 비증발형 게터 등의 배기특성을 조사해 보았다. 사실 이 실험의 가장 중요한 목적은 앞으로 제작하려고 하는 게터 성능평가장치 본제품에 대한 설계요건 및 장치사양을 확정하는 데 필요한 실질적인 자료를 얻으려는 데 있었다. 예비시험장치를 운용하여 실험을 수행하는 데 문제점이 발견되면 이를 개선하는 방안을 찾고 본제품에 적용하려는 것이다.

비증발형 게터(non-evaporable getter, NEG)는 바륨이나 티타늄으로 대표되는 증발형 게터처럼 증착막을 형성시켜 표면에 기체를 흡착하는 것이 아니라 다공성 재질의 물체 그대로 표면에 기체를 흡착하므로 시간이 흐른 후 가끔 활성화를 하면 반복적인 사용이 가능하다. 또 일정 온도를 유지하여 표면에 흡착한 분자들의 확산이 계속 일어나도록 하여 표면을 항상 활성화할 수도 있다. NEG는 여러 형태로 만들어져 핵융합실험장치나 가속기 등 대형실험장치의 내장형 배기펌프로 이용되기도 하며 일반 초고진공장치에서 다른 초고진공 펌프들과 조합하

여 사용하기도 한다. 또 램프, 진공 보온병, 각종 표시장치, 각종 센서, 열차폐 패널 등 밀봉형 부품의 진공도를 장기간 유지하기 위해 게터 소자들을 사용하기도 한다. 또 고순도 개스 공급장치 및 수소 분리장치의 중요부품이기도 하다.

NEG는 조성과 가공공정에 따라 유사한 재료들을 섞어서 만든 것이라도 활성화온도와 배기특성이 많이 차이가 날 수 있다. 활성화 온도는 게터가 사용되는 부분의 허용온도와 맞물려 특정 게터의 사용가능 여부를 결정하는 중요 파라미터라고 할 수 있다. 또 미세한 표면의 활성화 에너지 차이에 따라 기체별 배기속도가 많이 달라질 수 있다.

본 논문에서는 장치의 구성 및 작동 특성과 더불어 비증발형 게터의 배기성능 시험에 대해서 기술하려고 한다. 대형 실험장치에 설치하는 내외장형 NEG 펌프들은 제외하고 밀봉형 부품에 들어가는 비교적 활성화 온도가 낮은 게터 소자들의 특성평가 절차에 대해 설명하고, 이를 적용하여 측정할 게터 소자의 배기속도와 배기용량에 대해 논의하려고 한다. 시험에는 램프 및 고순도 기체공급장치용으로 국내에서 개발된 게터 소자와 램프용으로 세계적으로 널리 쓰이는 외국제품 두 가지를 같이 사용했다.

## 2. 실험장치

그림 1은 게터 소자 성능평가를 위한 예비시험장

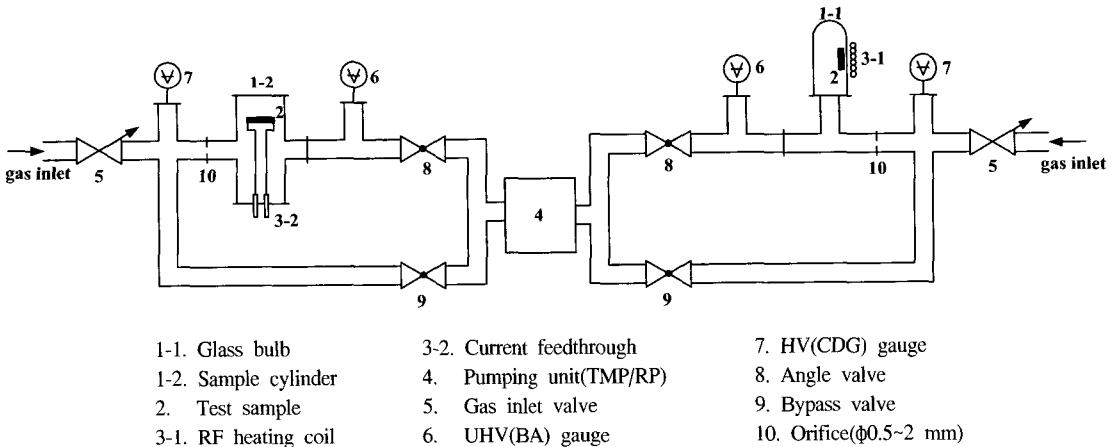


그림 1. 게터 소자 성능평가 예비시험장치 구성도

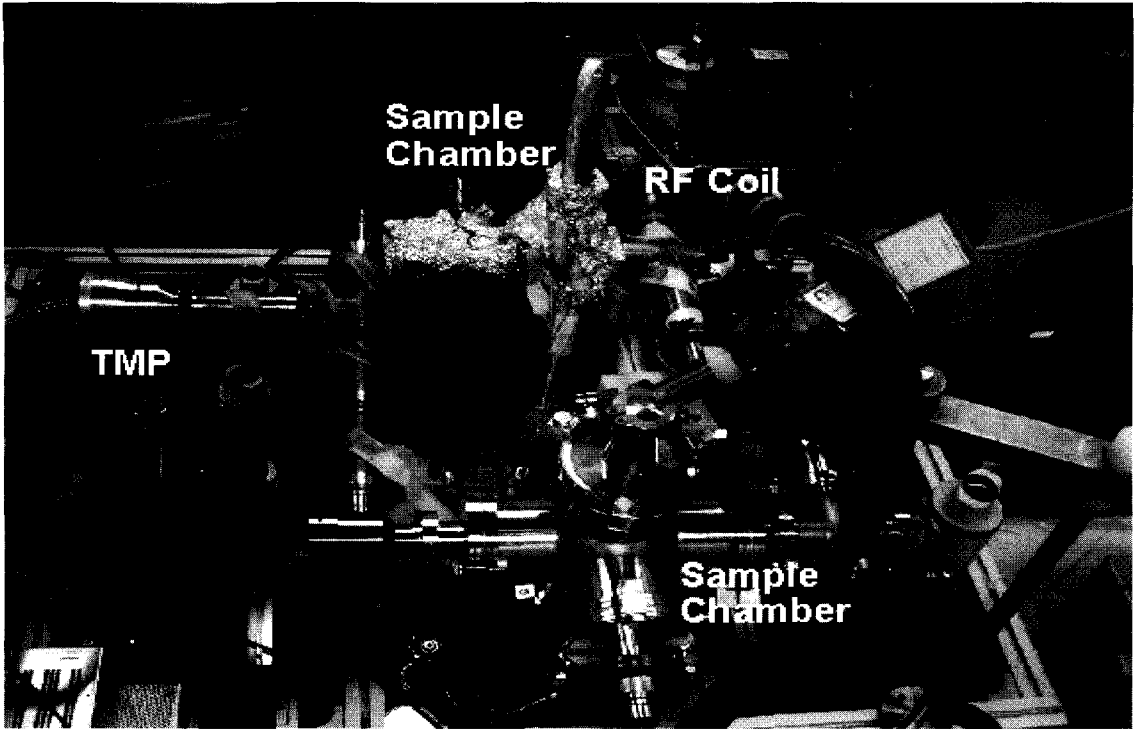


그림 2. 예비실험장치 전체 사진

치의 구성도이고 그림 2는 완성된 장치의 사진이다. 그림 1에서 알 수 있는 바와 같이 장치는 밸브들에 의해 크게 두 부분으로 분리되어 있는데 하나는 시료실이 석영유리관으로 되어 있어서 RF나 열복사에 의해 게터를 가열할 수 있도록 되어 있고 다른 쪽은 스테인리스 강제 용기에 시료 고정대를 설치해 게터에 직접 전류를 흘려 저항가열 할 수 있도록 되어 있다.

시료실에는 직경 1 mm의 오리피스를 통해 기체가 공급되고 기체도입부는 따로 배기가 가능하도록 되어 있다. 오리피스의 컨덕턴스는 20°C에서 질소기준 0.092 L/s이다. 이것은 게터 소자의 배기속도가 1 L/s 이하로 예상되기 때문에 정해진 값이다.

장치의 배기는 30 L/s TMP(Alcatel사 ATH 31+)한 대로 양 쪽을 동시에 또는 번갈아 할 수 있도록 하였고 압력은 기체가 도입되는 고압측은 CDG(MKS사 Baratron 627B)로 시료가 들어 있는 저압측은 전리진공계(MKS사 SensaVac 919)로 측정하였다. 전리진공계는 점성회전진공계(MKS사 SRG-2CE)로

질소 및 수소에 대해 교정했다.

NEG는 석영유리관 속 시료대에 장착하고 고주파 코일로 가열하면서 활성화하거나 작동 온도를 유지했다. 온도는 시료에 부착한 K형 열전대로 측정하면서 고주파 출력을 가감하여 조절했다. 고주파 가열장치는 최대 출력 5 kW, 주파수대역이 250-500 kHz로 동작 주파수는 부하 임피던스에 따라 정해지고 가변이 되지 않는다. 이 장치는 브레이징용으로 제작된 것으로 통상 10초 운전을 기본으로 프로그램되어 있으나 3 kW 이내의 출력을 사용한다는 것을 전제로 연속운전 모드로 수정하여 사용했다.

실험장치는 기본적으로 각종 40 KF 연결부품들을 사용하여 조립하고 고무 오링을 다량 사용하였으므로 100도 이상의 가열이 힘들어 기저압력은  $10^{-7}$  mbar 대에 머물렀다.

시료로는 LCD의 백(back)램프 및 고순도 기체공급장치용으로 개발된 국내 세종소재(SG401)의 제품과 램프용으로 가장 널리 쓰이고 있는 이탈리아

표 1. 시료의 물리적 특징

	SG401	St787
조성	Zr-V-Al-Co	85Zr-15Co-5x
치수	φ6×3t	φ7×0.8t
무게	320 mg	105 mg
면적(유효)	1.13(0.8) cm <sup>2</sup>	0.51(0.51) cm <sup>2</sup>
활성화	350°C, 3 min	500°C, 10 min

SAES사의 제품(St787) 두 가지에 대해 수소, 일산화탄소 및 질소 세 가지 기체에 대해 오리피스법을 사용하여 배기속도를 측정했다. 처음 시료를 장착했을 때와 다른 기체를 도입하여 실험하기 전에는 용기를 가열하고 시료를 활성화하는 과정을 거친다. 제조회사에서 권장하는 St787의 활성화 조건은 500°C에서 10분이며 SG401은 350°C에서 3분이다. 두 시료의 일반적인 특징을 요약하면 표 1과 같다. 유효면적은 소자를 붙잡는 홀더에 의해 가려지는 면적을 뺀 것이다.

### 3. 실험절차

ASTM 규격 F798-97에 보면 [1] NEG 특성평가에 대한 절차가 기술되어 있는데 대부분은 화학적인 재료시험에 관련되는 항목들이지만 일산화탄소를 사용하여 배기속도를 측정하는 항목은 참고로 할만하다. 이를 요약하면 표 2와 같다.

절차 중 용기를 펌프로부터 격리하고 배기속도를 측정하는 경우 기체도입 직전의 기저압력이 높아지고, 기체누설 및 표면방출량에 의한 압력변화가 측정에 나쁜 영향을 미칠 수 있다. 시료실을 완

표 2. ASTM의 NEG 배기속도 평가절차

<ol style="list-style-type: none"> <li>1. NEG소자를 용기에 장착한다.</li> <li>2. 용기를 배기하면서 가열, 냉각한다.</li> <li>3. 기저압력을 10<sup>9</sup> mbar가 되도록 한다.</li> <li>4. 시료실을 밀폐하고 기체누설 및 표면방출량을 측정한다.</li> <li>5. 기체를 도입하면서 진공계를 교정한다.</li> <li>6. 10<sup>6</sup> mbar대에서 NEG를 활성화한다.</li> <li>7. 시료실을 밀폐하고 일정압력으로 기체를 도입하면서 압력을 기록한다.</li> </ol>
---

전히 밀폐하지 않고 기체를 도입하는 상류쪽을 항상 배기하도록 하면 실험 중 기저압력이 낮아지고, 배기속도 측정값에는 물리적으로 아무런 영향을 미치지 않으면서, 배기속도 감소외에 추가적인 압력 상승 요인을 제거할 수 있다. 이럴 경우 게터의 취약점인 불활성 기체의 배기도 오리피스를 통해서 자연스럽게 이루어진다.

절차 5번은 이상적이기는 하지만 표준 진공압력계를 평가장치에 달아놓아야 하기 때문에 일반적으로는 시행하기 어렵다. 따라서 통상 고진공 펌프의 배기속도 측정시 하는 방식대로 외부에서 교정한 진공압력계를 사용하는 것이 합리적으로 보인다. 물론 미세한 배기속도를 측정하는 만큼 활성화 전에 시료실을 밀폐하고 기체를 도입하면서 두 진공압력계를 상대적으로 비교 교정하는 작업은 항상 유용하다. 이런 과정의 또 하나의 중요한 목적은 혹시 있을지도 모르는 용기벽이나 진공압력계의 배기작용을 포화시키는 데 있다.

한편 ASTM 규격에는 시료실을 밀폐하고 활성화 온도로 가열할 때 측정되는 압력상승 값으로 방출량을 추정하도록 되어 있으나 이 때도 오리피스법을 사용하면 좀 더 정량적으로 기체방출률 및 방출량을 추정할 수 있다. 기체방출률을 측정할 때는 배기속도를 잘 때와 달리 시료실의 압력이 높아지고 기체도입실의 압력이 낮아지면서 방출기체는 시료실 기체도입부에 연결된 보조 배기통로를 통해서 배출된다. 활성화하는 동안에 방출되는 기체의 성분을 잔류기체분석기로 측정하면 기체방출률 측정값의 신뢰도를 높일 수 있다.

### 4. 실험결과 및 고찰

그림 3은 SG401을 활성화하는 동안 기체의 방출률을 측정한 결과의 한 예다.

방출기체의 조성과 기체방출률은 같은 시료라도 보관상태와 사용이력에 따라 천차만별이므로 그림 3이 이 시료의 기체방출 특성을 대표하거나 다른 시료와 비교하는 데 직접 사용할 수는 없지만 어느 정도 방출 기체량을 정량화할 수 있고 배기용량과 견주어 밀봉 후에 활성화하는 것이 가능할지를 판단해 볼 수도 있다. 그림에 의하면 방출기체량은 대

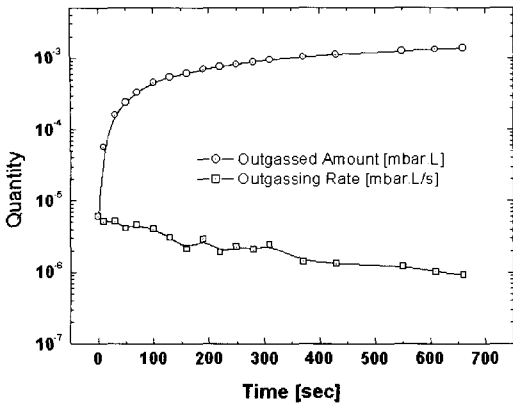
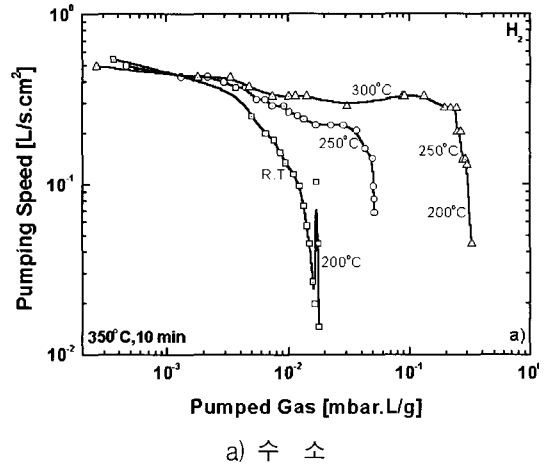


그림 3. SG401 게터 소자의 기체방출률 변화

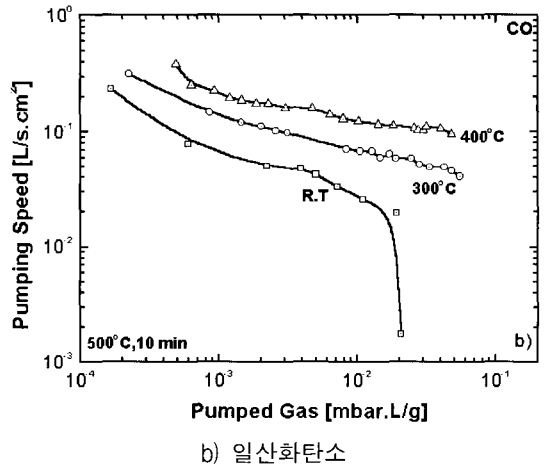
략  $1.5 \times 10^3$  mbar · L에서 포화되는 것으로 보인다. 잔류기체분석기로는 방출기체의 대부분은 통상 그렇듯이 수소인 것으로 나타났다.

그림 4a, 4b, 4c는 SG401의 수소, 일산화탄소 및 질소에 대한 배기속도의 변화를 흡착량의 함수로 그린 것이다. 배기속도는 단위면적 당 값으로 주어져 있다. 그림 4a에서 수소의 배기속도는 단위면적 당 0.5 L/s 정도에서 서서히 줄어드는데 게터를 가열하면 더 오래동안 배기속도값을 유지한다. 상온에서는 배기용량이 0.02 mbar · L/g 정도에 머물렀지만 250°C에서는 0.05 mbar · L/g대로 늘어났고, 300°C에서는 배기속도의 감소가 거의 사라졌다. 상온에서 배기속도가 상당히 감소한 후 200°C로 가열하면 잠깐동안 배기속도가 커지지만 곧 다시 감소해 버린다. 300°C일 때 배기속도를 계속 유지하다가 온도를 줄이면 바로 배기속도의 감소가 나타나는 것으로 보아 이미 흡착된 수소로 표면이 포화되었지만 확산이나 재방출에 의해 흡착가능한 표면상태로 바뀔 수 있느냐에 따라 배기성능의 지속여부가 판가를 난다고 생각된다.

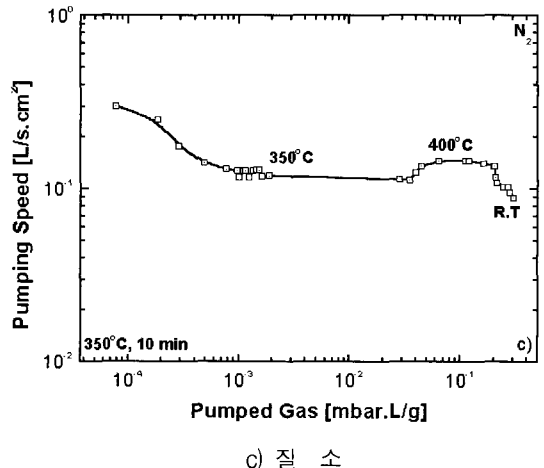
그림 4b에서 일산화탄소에 대한 배기속도는 단위면적 당 0.16 L/s에서 시작하는데 상온에서는 금방 0.1 L/s 이하로 떨어져 버리지만 250°C로 유지하면 배기용량이  $10^2$  mbar · L/g 을 넘어선다. 게터를 300°C 및 350°C로 온도를 높이면 배기속도도 다시 증가하고 상온으로 냉각하면 바로 배기속도가 떨어진다. 그림 4c에서 질소에 대한 배기속도는 350°C에



a) 수소

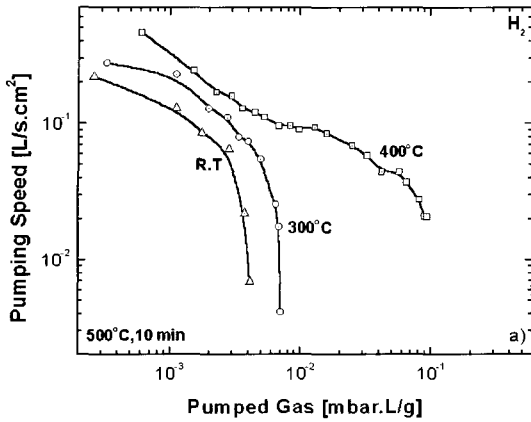


b) 일산화탄소

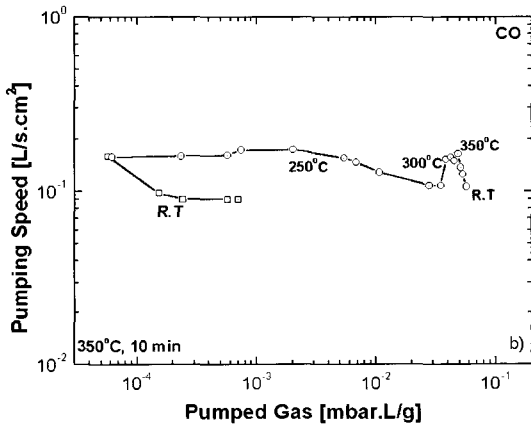


c) 질소

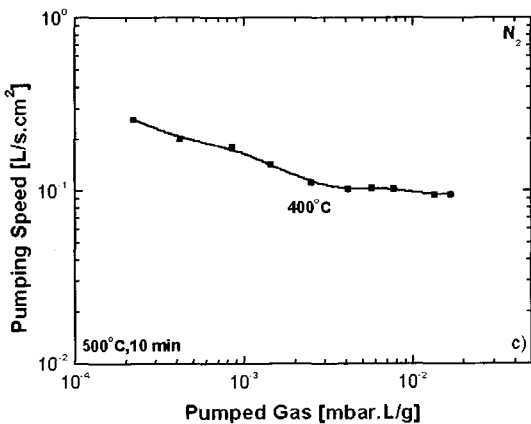
그림 4. SG401 게터 소자에 대한 배기속도 변화



a) 수소



b) 일산화탄소



c) 질소

그림 5. St787 게터 소자에 대한 배기속도 변화

서는 단위면적당 0.3 L/s에서 감소한 후 비록 낮지만 일정한 값으로 유지되며 온도를 400°C로 올리면 역시 배기속도도 약간 증가하고 상온으로 온도를 낮추면 배기속도가 급감한다. 질소에 대한 배기속도가 일산화탄소에 비해 전반적으로 낮은 범위에 있지만 초기 배기속도가 크게 나타난 것은 화학흡착이 일어나기 전에 물리흡착이 먼저 일어나는 초기상태에서 질소의 활성화에너지가 더 높았을 것으로 추정하지만 명확하지는 않다.

그림 5a, 5b, 5c는 St787의 수소, 일산화탄소 및 질소에 대한 배기속도의 변화를 그린 것이다. 배기속도는 역시 단위면적 당 값으로 되어있다. 그림 5a에서 수소 배기속도는 단위면적 당 0.25~0.4 L/s에서 흡착량에 따라 줄어드는데 상온에서는 배기용량이 약  $4 \times 10^3$  mbar · L/g이고 300°C에서도 배기용량은  $7 \times 10^3$  mbar · L/g을 넘지 못하며 400°C가 되어야 배기속도 감소가 상당히 둔화된다.

그림 5b에서 일산화탄소에 대한 배기속도는 단위면적 당 0.23~0.4 L/s에서 상당한 기울기를 가지고 감소하는데 온도가 높을수록 절대값은 커지지만 수소와는 달리 온도가 높아도 감소추세는 여전하다. 이런 경향은 제조회사에서 제시하는 배기속도 변화와 흡사하다. 그림 5c에서 질소에 대한 배기속도는 400°C에서도 흡착량이  $10^3$  mbar · L/g 대일 때 이미 0.1 L/s 이하로 떨어진다.

두 게터 모두에서 수소의 배기속도가 예상보다 빨리 감소하는 이유는 소위 불순물효과 때문인 것으로 보인다. [2] 잔류기체의 대부분을 차지하고 있는 물의 흡착이 수소의 흡착을 방해한다고 생각한다.

게터 소자의 배기속도  $S_p$ 는 소자의 면적 A, 기체 분자의 체적유속 (volume flux) C 및 부착계수 (sticking coefficient) s의 곱이다. 즉  $S_p = ACs$  또는  $S_p/A = Cs$ 로 표현된다. 체적유속은 어떤 물체의 표면에 단위면적, 단위시간 당 부딪히는 기체의 체적으로  $v_{av}/4$  또는  $3.64\sqrt{(T/M)}$ 으로 구해진다.  $v_{av}$ 는 기체 분자의 평균속도, T는 온도, M은 분자량이다. 20°C에서 수소와 일산화탄소(또는 질소)의 체적유속은 각각 44 L/s 및 11.8 L/s이다. SG401의 경우 수소 및 일산화탄소의 단위면적 당 배기속도가 각각 0.4 L/s 및 0.15 L/s일 때 수소의 부착계수는 0.009이고 일산화탄소의 부착계수는 약 0.013으로 계산된다. 질소

는 0.12 L/s 수준이므로 부착계수는 0.01 정도로 나온다. 온도가 높을 때 배기속도가 일반적으로 크므로 부착계수도 크다고 할 수 있는데 그것은 흡착자리의 점유율이 낮아지기 때문으로 보인다. St787의 경우 특히 배기속도의 변화가 심해서 특정한 대표값을 잡기가 힘들지만 수소 및 일산화탄소의 단위면적 당 배기속도는 0.15 L/s이고 질소는 0.1 L/s라고 할 때 각각의 부착계수는 0.0034, 0.013 및 0.009 정도라고 볼 수 있다. SG401의 수소부착계수가 특히 크다는 것이 눈에 띈다. [3, 4]

예비실험장치의 구성과 작동 및 실험절차에는 일반적으로 큰 문제가 없어서 본제품에 적용할 수 있다고 생각되나 장치가 KF형 진공 연결부품들로 이루어져 있고 다량의 고무 오링이 개스킷으로 사용되고 있어서 가열에 한계가 있고 기체방출이 많은 상태였기 때문에 실제 게터 소자의 배기작용에 의한 압력변화 측정에 정확성을 기하기가 어려웠다. 더군다나 소자의 크기가 작고 배기속도가 매우 낮아서 사용하는 오리피스스의 직경도 작아져야 하므로 따라서 시료실의 배기가 더 어려워진다. 이런 문제를 해결하기 위해 부품들을 대부분 CF형으로 바꾸어 구리 개스킷을 사용하도록 하고 가열온도를 200°C까지 올리는 것이 필요하다. 때에 따라서는 시료의 개수를 적절하게 늘리는 것도 필요하다.

현 예비실험장치에서 시료실의 표면적이 약 860 cm<sup>2</sup>이므로 유효배기속도 약 10 L/s인 외부 펌프로 배기시 압력이  $8 \times 10^{-7}$  mbar이라면 기체방출률은 약  $9 \times 10^{-9}$  mbar · L/s · cm<sup>2</sup>이라고 추정된다. 이때 게터 소자와 오리피스 배기속도의 합이 0.4 L/s라면 시료실을 외부 펌프와 격리하면 압력이  $2 \times 10^{-5}$  mbar까지 상승하게 되는 것이다. 따라서 배기속도를 측정하기 위해서 기체를 도입할 때  $10^{-6}$  mbar대의 압력유지가 원천적으로 불가능해진다. 장치를 개선하여 일단 실험전 기저압력이  $10^{-7}$  mbar 대로 낮아지면 0.1 L/s 이하의 좀 더 작은 배기속도에 대해서도 정확한 측정이 가능해 질 수 있을 것으로 판단된다.

## 5. 결 론

국내 진공기술의 산업적 토대와 연구기반을 마련하기 위한 진공기술기반구축 사업의 일환으로 게터펌프 성능평가장치를 개발하고 있다. 본격적으로 평가장치를 구성하기 전에 평가절차의 개발, 장치 설계요건 및 사양을 확정하기 위해 예비실험장치를 만들었다. 이 장치를 이용하여 밀봉형 기기에 들어가는 비교적 활성화 온도가 낮은 게터 소자들의 특성평가 절차에 대해 검토하고 이를 적용하여 게터 소자의 배기속도와 배기용량을 측정해 보았다. 특히 램프 및 고순도 기체공급장치용으로 국내에서 개발된 SG401 게터 소자와 램프용으로 가장 널리 쓰이는 외국제품으로 St787을 비교해 보았다.

온도에 따라 다르기는 하지만 SG401은 수소, 일산화탄소, 질소에 대한 단위면적 당 배기속도가 0.4 L/s, 0.15 L/s, 0.12 L/s이며 마찬가지로 St787은 0.15 L/s, 0.15 L/s, 0.1 L/s 정도의 값을 나타냈다.

예비실험장치의 진공상태가 게터 소자와 같이 미세한 배기속도를 측정하기에는 썩 좋지는 않아서 측정값을 정량적으로 신뢰할 수는 없지만 예측할 수 있는 범위에서 크게 벗어나지 않을 뿐만 아니라 본장치의 설계자료를 얻으려는 원래의 운전 목적은 충분히 달성했다고 생각한다. 현재 게터 소자 성능평가장치 본제품은 구성이 완료되어 있으며 기저압력은  $10^{-9}$  mbar대이고 오리피스로만 배기할 때 기저압력은  $10^{-7}$  mbar에 이르고 있다.

## 참 고 문 헌

- [1] ASTM F 798-97, Am. Soc. for Testing and Mat.
- [2] S. R. In and S. H. Be, Jpn J. Vac. Soc. **37**, 5 (1994)
- [3] S. R. In, *et al.*, Jpn J. Vac. Soc. **34**, 882(1991)
- [4] 박미영, 인상렬, 한국진공학회지 **10**, 312(2001)